

DERWENT-ACC-NO: 1986-226129

DERWENT-WEEK: 198635

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Quat. alkylamido betaine ester(s) - useful fabric
softener cpds. added to rinse water

INVENTOR: BUCKING, H W; HEISS, L

PATENT-ASSIGNEE: HOECHST AG[FARH]

PRIORITY-DATA: 1985DE-3505269 (February 15, 1985)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<u>DE 3505269 A</u>	<u>August 21, 1986</u>	N/A	015	N/A
BR 8600628 A	October 29, 1986	N/A	000	N/A
EP 192145 A	August 27, 1986	G	000	N/A
ES 8705851 A	August 1, 1987	N/A	000	N/A
JP 61189254 A	August 22, 1986	N/A	000	N/A

DESIGNATED-STATES: AT BE CH DE FR GB IT LI NL SE

CITED-DOCUMENTS: A3...198711; DE 2708823 ; No-SR.Pub

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 3505269A	N/A	1985DE-3505269	February 15, 1985
EP 192145A	N/A	1986EP-0101631	February 8, 1986
ES 8705851A	N/A	1986ES-0551940	February 13, 1986
JP 61189254A	N/A	1986JP-0027010	February 12, 1986

INT-CL (IPC): C07C010/44, C07C103/44 , C11D001/62 , D06M013/46

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 3505269A

BASIC-ABSTRACT:

Quat. alkylamidobetaine esters of formula (I) are new; in which R1 and R5 independently = 12-30C alkyl or 12-30C alkenyl; R2 = H or CH3; R3 and R4 independently = 1-3C alkyl, y = 0-10 and x = 1 or 2.

Pref. in (I) R1 and R5 = 14-25C alkyl or 14-25C alkenyl, R2 = H, R4 = CH3 or C2H5, y = 0-3 and x = 1. Pref. rinsing compsns. contain at least 1 wt. % (I)

and a remainder up to 100% of conventional adjuvants and opt. water, esp. a compsn. contg. 1-5 wt.% (I) and 0.1-3 wt.% nonionic dispersing agent or a compsn. contg. 10-30 wt.% (I) and 3-10 wt.% non-ionic dispersing agent. A claimed rinsing agent comprises 30-70% (I), 5-20% non-ionic dispersing agent, 5-30% 1-5C alkanol and 5-30% of a liq. ethylene- or propylene glycol or a 1-4C alkyl ether of these.

USE/ADVANTAGE - (I) are useful fabric softeners (claimed) which can be supplied in the form of conc. aq. or alcoholic solns. and which can be dispersed in cold water without difficulty to give final rinse baths which provide fabrics with a good soft feel and also with antistatic properties.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: QUATERNARY ALKYLAMIDO BETAINE ESTER USEFUL FABRIC SOFTEN
COMPOUND
ADD RINSE WATER

DERWENT-CLASS: A25 A97 D25 E16 F06

CPI-CODES: A12-S05S; D11-B15A; E10-A22D; F03-C05;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01*

Fragmentation Code

H181 H581 H582 H583 H584 H589 H721 H722 J0 J012

J2 J271 J3 J371 K0 L7 L722 M210 M211 M212

M213 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M272 M273 M281

M282 M311 M312 M313 M321 M322 M323 M331 M332 M342

M349 M381 M383 M391 M392 M393 M416 M620 M710 M903

Q273 Q322 Q616

Markush Compounds

198635-A1701-N

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1740U

POLYMER-MULTIPUNCH-CODES-AND-KEY-SERIALS:

Key Serials: 0013 3002 0209 0231 1279 1588 1592 1602 1606 1999 2000 2002 2014

2021 2180 2197 2198 2318 2427 2434 2507 2509 2553 2585 2701 2723 2763

Multipunch Codes: 014 028 039 04- 062 063 147 198 200 231 239 24& 240 31- 316

332 334 336 359 398 431 440 477 50& 506 511 57- 575 58- 583 589 603 641 678 688

720 723

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1986-097458



DEUTSCHES
PATENTAMT

②1 Aktenzeichen: P 35 05 269.4
 ②2 Anmeldetag: 15. 2. 85
 ④3 Offenlegungstag: 21. 8. 86

⑤ Int. Cl. 4:
C 07 C 103/44
 C 07 C 103/64
 D 06 M 13/46

Behördeneigentum

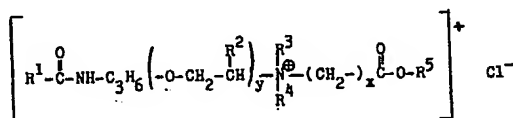
DE 3505269 A1

⑦1 Anmelder:
 Hoechst AG, 6230 Frankfurt, DE

⑦2 Erfinder:
 Heiss, Lorenz, Dr., 6238 Hofheim, DE; Bücking,
 Hans-Walter, Dr., 6233 Kelkheim, DE

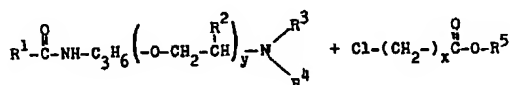
⑤4 Quarternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung in Wäscheweichspülmitteln

Die neuen quarternären Alkylamidobetainester werden durch die allgemeine Formel (I) beschrieben,



weichspülmitteln, wobei sie - neben dem Vorteil eines weichen Griffs der damit behandelten Wäsche - sich durch besonders gute Lösungs- und Dispergiereigenschaften auszeichnen, so daß auch konzentriertere Einstellungen erzeugt werden können.

in der die Substituenten folgende Bedeutung haben:
 R¹, R⁵ = unabhängig voneinander (C₁₂-C₃₀)Alkyl oder (C₁₂-C₃₀)Alkenyl; R² = H oder CH₃; R³, R⁴ = unabhängig voneinander (C₁-C₃)Alkyl; y = eine ganze Zahl von 0 bis 10 und x = 1 oder 2. In einem Verfahren zur Herstellung dieser Verbindungen erhitzt man, gegebenenfalls in Anwesenheit eines organischen Lösemittels (z. B. einem Alkohol), ω-Dialkylamino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der allgemeinen Formel (II) mit Chloralkansäureestern von Fettalkoholen der allgemeinen Formel (III)



Bevorzugte Verwendung finden diese Verbindungen in als Lösung oder Dispersion vorliegenden flüssigen Wäsche-

DE 3505269 A1

15.02.85

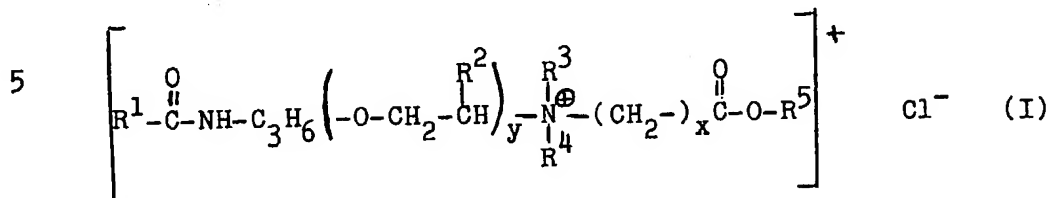
- 13 -

HOE 85/F 027

3505269

PATENTANSPRÜCHE

1. Quarternäre Alkylamidobetainester, dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel (I)



die Substituenten folgende Bedeutung haben:

10

R^1, R^5 unabhängig voneinander $(C_{12}-C_{30})$ Alkyl oder $(C_{12}-C_{30})$ Alkenyl,

R^2 H oder CH_3 ,

R^3, R^4 unabhängig voneinander (C_1-C_3) Alkyl,

15

y eine ganze Zahl von 0 bis 10 und

x 1 oder 2.

2. Alkylamidobetainester nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß $R^1, R^5 = (C_{14}-C_{25})$ Alkyl oder

20

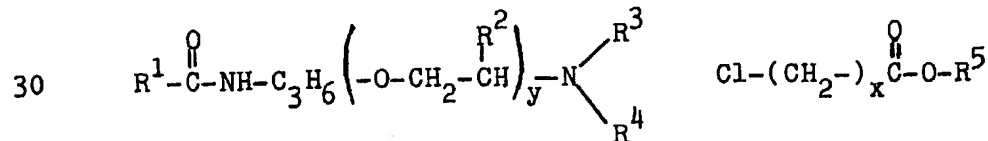
$(C_{14}-C_{25})$ Alkenyl; $R^2 = H$; $R^3, R^4 = CH_3$ oder C_2H_5 ; $y = 0$ bis 3 und $x = 1$ bedeuten.

3. Verfahren zur Herstellung der Alkylamidobetainester

nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man

25

ω -Dialkylamino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der allgemeinen Formel (II) mit Chloralkansäureestern von Fettalkoholen der allgemeinen Formel (III)



(II)

(III)

gegebenenfalls in Anwesenheit eines organischen Löse-
mittels, erhitzt.

- 5 4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß
als organisches Lösemittel ein (C_2-C_5)Alkanol einge-
setzt wird.
5. Verwendung der Alkylamidobetainester nach Anspruch 1 in
flüssigen Wäscheweichspülmitteln.
- 10 6. Als Lösung oder Dispersion vorliegendes flüssiges
Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt von mindestens 1
Gew.-% an mindestens einem Alkylamidobetainester nach
Anspruch 1 und dem Rest bis zu 100 Gew.-% an üblichen
15 Hilfsstoffen und gegebenenfalls Wasser.
7. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 1 bis 5 Gew.-% Alkylamidobetainester
und 0,1 bis 3 Gew.-% eines nichtionischen Dispergators
20 enthält.
8. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 10 bis 30 Gew.-% Alkylamidobetainester
und 3 bis 10 Gew.-% eines nichtionischen Dispergators
25 enthält.
9. Wäscheweichspülmittel nach Anspruch 6, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es 30 bis 70 Gew.-% Alkylamidobetain-
ester, 5 bis 20 Gew.-% eines nichtionischen Disperga-
30 tors, 5 bis 30 Gew.-% eines (C_1-C_5)Alkanols und 5 bis
30 Gew.-% eines flüssigen (Ethylen- oder Propylen-)
Glykols, Polyglykols oder eines ihrer (C_1-C_4)Alkylether
enthält.

15.00.85
3

3505269

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT

HOE 85/F 027

Dr.IS/cr

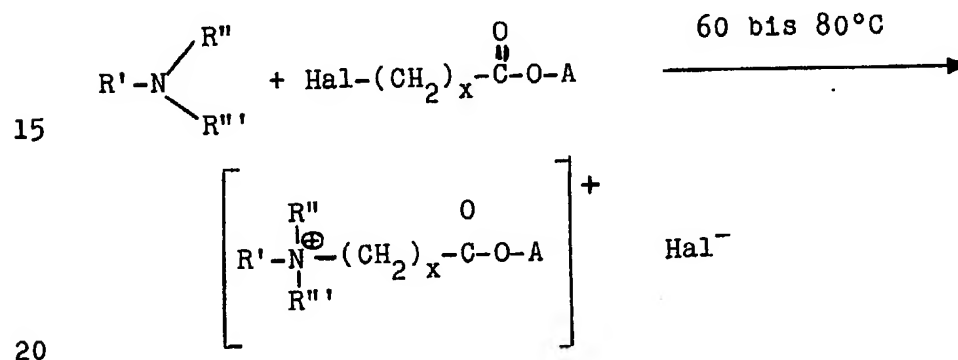
Quarternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung in Wäscheweichspülmitteln

Die Erfindung betrifft neue quarternäre Alkylamidobetainester, ein Verfahren zur Herstellung dieser neuen Verbindungen und deren Verwendung in der Textilveredlung und Faserpräparation oder in Wäscheweichspülmitteln.

5

Quarternäre Alkylamidobetainester sind an sich bekannte Verbindungen. In der DE-A 16 18 026 werden Verbindungen der nachstehenden allgemeinen Formel beschrieben, die aus den entsprechenden Aminen und Halogencarbonsäureestern hergestellt werden können,

10



15

20

wobei R', R'' und R''' gleich oder verschieden sind und Alkyl, Alkanol, Ether oder Amidreste bedeuten (mindestens ein Rest ist ein langkettiger Alkyl- oder Alkenylrest) sollen;

25

x bedeutet eine ganze Zahl von 1 bis 4; Hal ist Halogen, insbesondere Cl; A leitet sich von ein- oder mehrwertigen Alkanolen ab. In den Beispielen eingesetzte Verbindungen sind als Amine N-Lauryl-N,N-dimethylamin und N-Lauryloxypropyl-N,N-diethanolamin und als Halogencarbonsäureester

30

Chloressigsäureethylester und β -Chlorpropionsäurisopropyl-

5 ester; daneben werden auch noch N-Cetyl-N,N-diethylamin, Laurinsäureamid des N,N-Dimethyl-N-aminopropylamins und Sorbit-chlorpropionsäureester genannt. Die Verbindungen sollen ein gutes Schaumvermögen, bactericide Wirksamkeit und substantive Eigenschaften zeigen. Auch ihre Eignung als kationaktive Emulgatoren, Antistatika und Avivagemittel wird erwähnt. Vergleichbare Verbindungen beschreibt auch die DE-A 19 50 643, wobei als weitere Alkanolkomponente für den Rest A auch noch der Lauryldiglykoether genannt wird.

10

Es ist weiterhin bekannt, daß bestimmte kationische quartärnäre Ammoniumverbindungen, wenn man sie im letzten Spülbad der Waschmaschine zusetzt, den verschiedenen Gewebearten wie Baumwolle, Wolle oder Baumwoll-Synthetik-Mischgewebe einen guten Griff und gleichzeitig antistatische Eigenschaften verleihen können. Es bereitet aber gewisse Schwierigkeiten, höher konzentriert eingestellte Formulierungen dieser sogenannten Wäscheweichspülmittel herzustellen und sie gleichmäßig in der kalten Spülflotte zu verteilen, weil bei Zusatz von Wäscheweichspülmitteln in Form von konzentrierten wässrigen oder alkoholischen Lösungen gallertartige Ausscheidungen auftreten können, die beispielsweise zur Bildung von Flecken auf der Wäsche führen. Auch die Verdünnung eines solchen Konzentrats auf eine handelsübliche 2 bis 5%ige Formulierung bereitet Schwierigkeiten, denn oftmals erhält man eine gelartige Mischung, die schwer oder überhaupt nicht mehr in kaltem Wasser dispergierbar ist. Wäscheweichspülmittel werden deshalb in der Praxis bisher allgemein in Form von verdünnten, etwa 2 bis 10%igen wässrigen Lösungen, eingesetzt. Diese verdünnten Lösungen können jedoch ebenfalls verschiedene Nachteile aufweisen. Sie können beispielsweise nicht bei zu tiefen Temperaturen gelagert werden, da sie häufig nach dem Einfrieren und Wiederauftauen eine Gelkonsistenz annehmen und nicht mehr in homogene Lösung gebracht werden können.

35

15.02.85

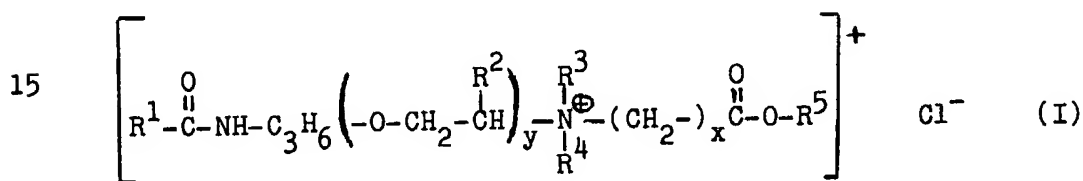
- 2 -

3505269

Ein weiterer Nachteil ist der hohe, an sich überflüssige Wassergehalt dieser Lösungen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, neue Verbindungen zu synthetisieren, die insbesondere bei ihrem Einsatz in Wäscheweichspülmitteln die genannten Nachteile nicht oder nur in geringerem Maße zeigen.

- Die Erfindung geht aus von den bekannten quarternären Alkylamidobetainestern. Die erfindungsgemäßen Verbindungen sind dann dadurch gekennzeichnet, daß in der allgemeinen Formel (I)



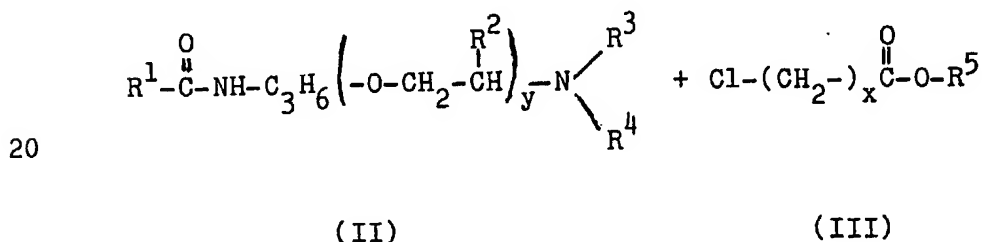
- 20 die Substituenten folgende Bedeutung haben:

- R^1, R^5 unabhängig voneinander $(C_{12}-C_{30})$ Alkyl oder $(C_{12}-C_{30})$ Alkenyl,
 R^2 H oder CH_3 ,
 25 R^3, R^4 unabhängig voneinander (C_1-C_3) Alkyl,
 y eine ganze Zahl von 0 bis 10 und
 x 1 oder 2.

- Bevorzugt sind unter diesen Verbindungen solche, in denen
 30 $R^1, R^5 = (C_{14}-C_{25})$ Alkyl oder $(C_{14}-C_{25})$ Alkenyl; $R^2 = H$;
 $R^3, R^4 = CH_3$ oder C_2H_5 ; $y = 0$ bis 3 und $x = 1$ bedeuten.

- Die Alkyl- oder Alkenyloxoreste (Alkanoyl- oder Alkenoyl-
 reste) R^1-CO leiten sich von gesättigten und ungesättigten
 35 Fettsäuren wie Palmitinsäure ($R^1 = C_{15}H_{31}$), Stearinsäure

(R¹ = C₁₇H₃₅), Arachinsäure (R¹ = C₁₉H₃₉), Behensäure
 (R¹ = C₂₁H₄₃), Ölsäure (R¹ = C₁₇H₃₃) oder Erucasäure
 (R¹ = C₂₁H₄₁) ab, während die Alkyl- oder Alkenyloxyreste
 R⁵-O auf die entsprechenden Fettalkohole zurückzuführen
 5 sind. Da die Ausgangsverbindungen zur Erzeugung dieser Sub-
 stituenten R¹ und R⁵ oftmals als Gemische von Verbindungen
 unterschiedlicher C-Atomzahl vorliegen, können die erfin-
 dungsgemäßen Verbindungen ebenfalls als Gemische mit Substi-
 tuenten R¹, R⁵ von jeweils unterschiedlicher Anzahl an C-
 10 Atomen vorliegen; die Anzahl an C-Atomen in Substituenten
 der einzelnen Komponenten eines solchen Gemisches soll aber
 innerhalb der erfindungsgemäß beanspruchten Bereiche liegen.
 In einem bevorzugten Verfahren zur Herstellung der Verbin-
 dungen der allgemeinen Formel (I) werden nach dem nach-
 15 stehenden Formelschema



25 ω-Dialkylamino(alkoxy)propylamide von Fettsäuren der allge-
 meinen Formel (II) mit Chloralkansäureestern von Fettalko-
 holen der allgemeinen Formel (III), gegebenenfalls in Anwe-
 senheit eines organischen Lösemittels, erhitzt. In den all-
 30 gemeinen Formeln (II) und (III) haben die Substituenten die
 weiter oben bei der Definition der Formel (I) angegebene
 Bedeutung.

Zur Herstellung der Verbindungen der Formel (II) werden in
 35 bekannter Weise beispielsweise die ω-Dialkylamino(alkoxy)-

15.02.85

7

- 8 -

3505269

propylamine-1
Dialkyl

runge von Acrylnitril an
und Hydrierung des gebildeten
ethans erhalten. Die sich an-
ettsäuren wird - ebenfalls in
e durch Erhitzen der Komponen-
aturen von mehr als 100°C und
i der Reaktion entstehenden
tel ausgeführt.

3505269
02588

Wassers

- 10 Zur Herstellung der Verbindungen der Formel (III) werden in bekannter Weise Fettalkohole mit Monochloressigsäure oder β -Monochlorpropionsäure in Anwesenheit einer starken Säure wie H_2SO_4 oder p-Toluolsulfonsäure oder einem H^+ -Ionenaustauscher mit einem Schleppmittel wie Toluol unter azeotroper Destillation des bei der Reaktion entstehenden Wassers umgesetzt.
- 15

- 20 Die Quarternierung der Amine der allgemeinen Formel (II) mit den Chloralkansäureestern der allgemeinen Formel (III) erfolgt vorzugsweise in einem organischen Lösemittel wie einem (C_2-C_5) Alkanol durch mehrstündiges Erhitzen beim Siedepunkt des Lösemittels, insbesondere zwischen 60 und 180°C. Die Reaktion wird im allgemeinen so lange (1 bis 36 h) durchgeführt, bis das organisch gebundene Chlor
- 25 möglichst vollständig in Chloridionen überführt worden ist.

Beispiele für Verbindungen der allgemeinen Formel (I) sind:

- 30 N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[3-(1-oxo-octadec-1-yl)amino-prop-1-yl]ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^3, R^4 = CH_3$; $R^5 = C_{18}H_{37}$; $y = 0$ und $x = 1$;

- 35 N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-[2-(3-oleoylamino-prop-1-oxy)-eth-1-yl]ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^2 = H$; $R^3, R^4 = CH_3$; $R^5 = C_{18}H_{37}$; $y = 1$ und $x = 1$;

N-(3-Hexadecyloxy-3-oxo-prop-1-yl)-N-methyl-N-ethyl-N-
[2-(3-stearoylamino-prop-1-oxy)-1-methyl-eth-1-yl]-
ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{17}H_{35}$; $R^2 = CH_3$; $R^3 = CH_3$; $R^4 =$
 C_2H_5 ; $R^5 = C_{16}H_{33}$; $y = 1$ und $x = 2$;

5

N-(2-Octadecenyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-N-
{2-[3-(1-oxo-hexadec-1-yl)amino-prop-1-oxy]-ethoxy-eth-
1-yl}ammoniumchlorid mit $R^1 = C_{15}H_{31}$; $R^2 = H$; $R^3, R^4 = CH_3$;
 $R^5 = C_{18}H_{35}$; $y = 2$ und $x = 1$.

10

Die erfindungsgemäßen Verbindungen unterscheiden sich in
allen Fällen von denen des Standes der Technik (siehe Ein-
leitung) durch einen langkettigen, sich direkt an die Car-
boxylgruppe anschließenden Alkyl- oder Alkenylrest R^5 und
bei $y \neq 0$ durch Alkoxygruppen zwischen dem quarternären
Stickstoff und dem Aminopropylrest.

15

Die erfindungsgemäßen Verbindungen zeigen auf Textilien
deutlich weichmachende Eigenschaften, so daß sie insbeson-
dere in der Textilveredlung und Faserpräparation oder in
Wäscheweichspülmitteln eingesetzt werden können. Auf dem
bevorzugten Anwendungsgebiet in Wäscheweichspülmitteln zei-
gen diese Verbindungen nicht die Nachteile des Standes der
Technik bzw. zeigen diese in deutlich verringertem Maße.
Dies gilt insbesondere für ihre besonders gute Löslichkeit
und Dispergierbarkeit, so daß sie sich auch in kaltem Spül-
wasser leicht verteilen lassen.

20

25

Bei der Bereitung von flüssigen Wäscheweichspülmitteln
werden die erfindungsgemäßen Verbindungen zweckmäßig in
Form ihrer konzentrierten Lösungen in niederen Alkanolen,
vorzugsweise Isopropanol oder im Gemisch dieser Alkanole
mit Wasser eingesetzt. Die erfindungsgemäßen Wäsche-
weichspülmittel enthalten in diesem Fall eine bestimmte
Menge solcher niederen Alkanole (etwa 5 bis 30 Gew.-%),
insbesondere weisen diese Alkanole 1 bis 5 C-Atome auf.

30

35

15.02.85

- 7 -

3505269

Ein weiterer Bestandteil der Wäscheweichspülmittel können übliche nichtionische Dispergatoren oder Emulgatoren auf Basis von Oxalkylaten sein, die zusätzlich dazu beitragen, daß das Wäscheweichspülmittel in kaltem Wasser gut dispergierbar ist. Geeignete nichtionische Dispergatoren sind beispielsweise Umsetzungsprodukte von jeweils etwa 2 bis 12 Mol Ethylenoxid (EO) mit einem Alkylphenol wie Xylenol, aber auch mit einem Alkylphenol mit einem langen Alkylrest von 8 bis 10 C-Atomen oder mit einem Fettalkohol mit 8 bis 15 C-Atomen, insbesondere Umsetzungsprodukte von etwa 5 bis 8 Mol EO mit 1 Mol Alkylphenol oder mit 1 Mol eines Fettalkohols oder eines Gemisches solcher Fettalkohole. Die Menge dieser nichtionischen Verbindungen beträgt 3 bis 10 Gew.-% bei schwach konzentrierten Wäscheweichspülmitteln mit einem Gehalt der erfindungsgemäßen Verbindungen von 10 bis 30 Gew.-%. Höher konzentrierte Wäscheweichspülmittel mit einem Gehalt der erfindungsgemäßen Verbindungen von 30 bis 70 Gew.-% enthalten vorzugsweise 5 bis 20 Gew.-% der nichtionischen Dispergatoren. Bei den verdünnten, in der Konzentration handelsüblichen Wäscheweichspülmitteln mit einem Gehalt an den erfindungsgemäßen Verbindungen von weniger als 10 Gew.-%, insbesondere einem Gehalt von 1 bis 5 Gew.-%, ist die Zugabe von solchen Dispergatoren nicht erforderlich, sie kann aber beispielsweise bei 0,1 bis 3 Gew.-% liegen.

Die höher konzentrierten Wäscheweichspülmittel enthalten darüberhinaus vorzugsweise noch 5 bis 30 Gew.-% eines Ethylenglykols, Propylenglykols, Polyethylenglykols, Polypropylenglykols oder die (C₁-C₄)Alkylether dieser Verbindungen. Von dieser Produktgruppe kommen nur solche Verbindungen in Frage, die flüssig sind. Diese Verbindungen zeigen in den Wäscheweichspülmitteln eine lösungsvermittelnde Wirkung.

5

15

25

15.02.85

- 8 - M

3505269

In den folgenden Beispielen verhalten sich Gew.-Teile (GT) zu Vol.-Teilen (VT) wie kg zu dm³. Prozentangaben sind - wenn nichts anderes angegeben ist - auf das Gewicht bezogen.

5

C H E M I S C H E B E I S P I E L E

Beispiel 110 ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1

Zu 89 GT (1 mol) 1-N,N-Dimethylaminoethanol-2 und 1 GT Natriummethylat werden im Verlauf von 2 h bei 30°C unter Kühlung 58 GT (1,1 mol) Acrylnitril eingetropft. Es wird
15 2 h bei 30°C nachgerührt und mit 2 GT Milchsäure das Natriummethylat neutralisiert. In einem Autoklaven hydriert man mit 5 GT Raney-Nickel als Katalysator in Anwesenheit von etwa 15 VT flüssigem Ammoniak. Hierzu erhitzt man unter Rühren auf 80°C und drückt bei etwa 100
20 bar etwa 2 h lang Wasserstoff auf. Man filtriert vom Katalysator ab und erhält 130 GT ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1 (89 % der Theorie). Die Analyse ergibt an

25	Gesamtstickstoff:	19,0 %, berechnet 19,3 %; an
	primärem Stickstoff:	9,3 %, " 9,6 %; und an
	tertiärem Stickstoff:	9,1 %, " 9,6 %.

Beispiel 2

30 N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1

135 GT (0,5 mol) Stearinsäure und 61,2 GT (0,6 mol) 3-Dimethylamino-propylamin-1 werden in 200 VT Toluol unter azeotroper Auskreisung des Reaktionswassers am Rückfluß
35 gekocht. Wenn 9 GT Wasser abgetrennt sind, destilliert man

Toluol und im Vakuum überschüssiges 3-Dimethylamino-propylamin-1 ab. Man erhält in quantitativer Ausbeute 176 GT N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1.

- 5 Die Analyse ergibt an
 basischem Stickstoff: 3,9 %, berechnet 3,95 %; und an
 Gesamtstickstoff: 7,8 %, " 7,9 %.

Beispiel 3

- 10 N-Oleoyl- ω -dimethylamino-3-ethoxy-propylamid-1

- 141 GT (0,5 mol) Ölsäure und 87,5 GT (0,6 mol)
 ω -Dimethylamino-3-ethoxy-propylamin-1 werden in 200 VT To-
 15 luol unter azeotroper Auskreisung des Reaktionswassers am
 Rückfluß gekocht. Wenn 9 GT Wasser abgetrennt sind, ent-
 fernt man das Lösemittel und im Vakuum überschüssiges
 Amin. Man erhält quantitativ 205 GT N-Oleoyl- ω -dimethyl-
 amino-3-ethoxy-propylamid-1. Die Analyse ergibt an
 20 basischem Stickstoff: 3,4 %, berechnet 3,42 %; und an
 Gesamtstickstoff: 6,8 %, " 6,83 %.

Beispiel 4

- 25 Chloressigsäure-octadecylester

- 135 GT (0,5 mol) Octadecanol und 50 GT (0,53 mol) Chlor-
 essigsäure werden in 200 VT Toluol und 20 GT eines han-
 delsüblichen H^+ -Ionenaustauschers unter Rückfluß erhitzt
 30 und das Reaktionswasser azeotrop destilliert. Wenn 10 VT
 Wasser ausgekreist sind, filtriert man den Ionenaus-
 taucher ab, schüttelt mit $NaHCO_3$ -haltigem Wasser
 aus, entfernt das Lösemittel und erhält 170 GT
 Chloressigsäure-octadecylester (98 % der Theorie). Die
 35 Analyse ergibt:
 organisch gebundenes Chlor: 10,1 % (Theorie 10,3 %).

Auf vergleichbare Weise erhält man den Chloressigsäure-octadecenylester, wenn man anstelle des Octadecanols den Oleylalkohol (Octadecenol) verwendet.

5 Beispiel 5

N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-
N-[3-(1-oxo-octadec-1-yl)amino-prop-1-yl]ammoniumchlorid

- 10 70,8 GT (0,2 mol) N-Stearoyl-3-dimethylamino-propylamid-1
und 69,4 GT (0,2 mol) Chloressigsäure-octadecylester wer-
den in 250 VT Isopropanol während 12 h unter Rückfluß ge-
kocht und das Lösemittel entfernt. Man erhält den Octa-
decylbetainester des N-Stearoyl-3-dimethylamino-propyl-
15 amids-1 in quantitativer Ausbeute. Ionogener und Gesamt-
chlorgehalt betragen jeweils 4,9 % (Theorie 5 %).

Beispiel 6

- 20 N-(2-Octadecyloxy-2-oxo-eth-1-yl)-N,N-dimethyl-
N-[2-(3-oleoylamino-prop-1-oxy)-eth-1-yl]ammoniumchlorid

- 82 GT (0,2 mol) N-Oleoyl- ω -dimethylamino-3-ethoxy-
propylamid-1 und 69,9 GT (0,2 mol) Chloressigsäure-
25 octadecylester werden in 300 VT Ethanol während 10 h
unter Rückfluß gekocht und das Lösemittel entfernt. Man
erhält den Octadecylbetainester des N-Oleoyl- ω -
dimethylamino-3-ethoxy-propylamids-1. Ionogener und
Gesamt-Chlorgehalt betragen 4,6 % Chlor (Theorie 4,7 %).

ANWENDUNGSBEISPIELE

Im folgenden sind einige typische Rezepturen für Wäsche-
weichspülmittel mit einem Gehalt an einer Verbindung der
5 allgemeinen Formel (I) zusammengestellt.

Beispiel I

Ein in der Konzentration eines der handelsüblichen Wäsche-
nachbehandlungsmittel (Wäscheweichspülmittel) angesetztes
10 Mittel enthält 5 % der Verbindung nach Beispiel 5 der che-
mischen Beispiele; der Restgehalt bis auf 100 % sind
Wasser, Parfüm, Farbstoff und Emulgator. 100 ml dieses
Mittels werden in einer Waschmaschine (4 kg Füllmenge) im
15 letzten Spülbad zugegeben, wonach die behandelte Wäsche
einen hervorragenden weichen Griff aufweist, der in der
Größenordnung dem mit einem handelsüblichen Wäscheweich-
spülmittel (mit einem Gehalt an Distearyl-dimethyl-
ammoniumchlorid) zu erzielenden Griff vergleichbar ist.

20

Beispiel II

Ein als Wäscheweichspülmittel-Konzentrat angesetztes
Mittel enthält 20 % der Verbindung nach Beispiel 6; der
25 Restgehalt bis auf 100 % sind Wasser, Parfüm, Farbstoff
und Emulgator. Mit 20 ml dieses Mittels wird ein dem Bei-
spiel I vergleichbares Ergebnis erzielt.

Beispiel III

30

Ein als hochkonzentriertes Wäscheweichspülmittel angesetz-
tes Mittel enthält 67 % der Verbindung nach Beispiel 6,
10 % Emulgator (ethoxyliertes Nonylphenol mit 6 EO-Ein-
heiten), 20 % Diethylenglykol und 3 % Parfüm. Bereits ab
35 etwa 5 ml dieses Mittels wird ein dem Beispiel I ver-
gleichbares Ergebnis erzielt.